

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

1c531 U.S. PTO  
09/670616  
09/27/00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application:

1 9 9 9 年 9 月 2 7 日

出 願 番 号  
Application Number:

平成 1 1 年特許願第 2 7 2 6 4 4 号

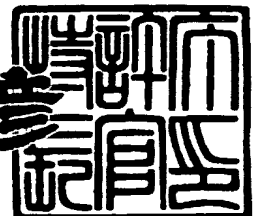
出 願 人  
Applicant (s):

富士写真フイルム株式会社

2 0 0 0 年 3 月 2 4 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特 2 0 0 0 - 3 0 1 9 5 2 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 FF826131Y

【提出日】 平成11年 9月27日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/64

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 西川 正一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 長尾 信

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100091971

【弁理士】

【氏名又は名称】 米澤 明

【選任した代理人】

【識別番号】 100088041

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 龍吉

【選任した代理人】

【識別番号】 100092495

【弁理士】

【氏名又は名称】 蛭川 昌信

【選任した代理人】

【識別番号】 100092509

【弁理士】

【氏名又は名称】 白井 博樹

【選任した代理人】

【識別番号】 100095120

【弁理士】

【氏名又は名称】 内田 亘彦

【選任した代理人】

【識別番号】 100095980

【弁理士】

【氏名又は名称】 菅井 英雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100094787

【弁理士】

【氏名又は名称】 青木 健二

【選任した代理人】

【識別番号】 100097777

【弁理士】

【氏名又は名称】 荳澤 弘

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成10年特許願第367134号

【出願日】 平成10年12月24日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014845

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9800695

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フロッピーディスク

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 可撓性非磁性支持体の少なくとも一方の面に、下地層、磁性膜、保護膜、潤滑膜を積層した構成のフロッピーディスクにおいて可撓性支持体と下地層間にシード層を設けることを特徴とするフロッピーディスク。

【請求項 2】 可撓性非磁性支持体上に耐熱性高分子で構成される平坦化層を有することを特徴とする請求項 1 記載のフロッピーディスク。

【請求項 3】 平坦化層の厚さが  $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$  の範囲にあることを特徴とする請求項 1 ないし 2 のいずれか 1 項に記載のフロッピーディスク。

【請求項 4】 可撓性支持体の厚さが  $30 \sim 100 \mu\text{m}$  の範囲にあることを特徴とする請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載のフロッピーディスク。

【請求項 5】 磁性層が Cr 濃度が  $10 \sim 30 \text{ at } \%$  の範囲にある CoCr 合金を用いたことを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載のフロッピーディスク。

【請求項 6】 下地層が Cr 濃度が  $77 \sim 100 \text{ at } \%$  の範囲にある Cr 合金を用いたことを特徴とする請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項に記載のフロッピーディスク。

【請求項 7】 厚さが  $30 \sim 100 \mu\text{m}$  の範囲にある可撓性支持体の少なくとも一方の面に、厚さ  $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$  の範囲にある平坦化層、シード層、Cr 濃度が  $77 \sim 100 \text{ at } \%$  の範囲にある Cr 合金からなる非磁性下地層、Cr 濃度が  $10 \sim 30 \text{ at } \%$  の範囲にある CoCr 合金からなる磁性層、保護層、および潤滑層を具備し、シード層として膜厚が  $5 \sim 100 \text{ nm}$  の範囲にあり、シード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) と該非磁性下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が、 $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.3$  の関係を満たし、該金属シード層の引っ張り強さ ( $S_{SE}$ ) と該非磁性下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE} / S_{UL} > 1$  の関係を満たすことを特徴とするフロッピーディスク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は磁気記録媒体に関し、とくにコンピュータの補助記憶装置、画像記憶装置などに用いられるリムーバブル型磁気記録媒体に係り高記録密度を有する磁気記録媒体に関するものであり、とくに1平方インチ当たり1ギガビット以上の高い記録密度を有する可撓性支持体を基板としたフロッピーディスクに関するものである。

## 【0002】

## 【従来の技術】

パソコンなどで作成される電子データの容量の増大に伴って大量の電子データの保存、バックアップ用に高容量の磁気記録媒体からなるリムーバブル型ディスクが望まれている。

また、これまで業務用超高密度記録媒体としてデジタルビデオテープが主に用いられてきたが、近年情報量の増大に伴い、更なる高容量化、記録・再生速度向上の要請されている。そこで、現在主流のビデオテープに変わり、記録・再生速度が優れたリムーバブル型ディスクが業務用デジタル記録媒体として検討され始めている。

## 【0003】

しかし現存のギガバイト級の高密度磁気記録媒体の支持体は、アルミニウム、ガラス等の円盤、いわゆるハードディスクを使用しているため、装置に衝撃が加わると、ヘッドクラッシュが発生し、媒体、ヘッドとも大きな損傷を受ける可能性があった。リムーバブルハードディスクにおいても、この耐衝撃性の問題が未だ解決されておらず、デジタルディスクカメラをはじめとした携帯機器等における記録手段として使用する上では障害となっていた。

## 【0004】

そこで、支持体をハードディスクからフロッピーディスクと同様の可撓性のものに変えることで、記録部の軽量化、ヘッドクラッシュ時の損傷低減ができることなどの有利性があり、耐衝撃性に優れている可撓性支持体を基板に使用した高密度リムーバブル磁気記録媒体が望まれている。

## 【0005】

リムーバブル磁気記録媒体は、基板上に強磁性金属あるいは合金からなる磁性層を形成している。特に高密度磁気記録媒体では、磁気記録媒体表面に形成する強磁性層は、真空成膜法を用いて磁性膜を形成している。

ところが、可撓性支持体を用いたリムーバブル磁気記録媒体においては、製造工程においてクラックが発生し、媒体として使用できないという問題があった。

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、可撓性支持体を基板としたリムーバブル型高密度磁気記録媒体において、製造工程において発生するクラックを防止して、高品質のフロッピーディスク型磁気記録媒体を提供することを課題とするものである。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明の課題は、可撓性非磁性支持体の少なくとも一方の面に、下地層、磁性膜、保護膜、潤滑膜を積層した構成のフロッピーディスクにおいて可撓性支持体と下地層間にシード層を設けることによって解決することができる。

また、平坦化層の厚さが  $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$  の範囲にある前記のフロッピーディスクである。

可撓性支持体の厚さが  $30 \sim 100 \mu\text{m}$  の範囲にある前記のフロッピーディスクである。

磁性層が Cr 濃度が  $10 \sim 30 \text{ at } \%$  の範囲にある CoCr 合金を用いた前記のフロッピーディスクである。

下地層が Cr 濃度が  $77 \sim 100 \text{ at } \%$  の範囲にある Cr 合金を用いた前記のフロッピーディスクである。

厚さが  $30 \sim 100 \mu\text{m}$  の範囲にある可撓性支持体の少なくとも一方の面に、厚さ  $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$  の範囲にある平坦化層、シード層、Cr 濃度が  $77 \sim 100 \text{ at } \%$  の範囲にある Cr 合金からなる非磁性下地層、Cr 濃度が  $10 \sim 30 \text{ at } \%$  の範囲にある CoCr 合金からなる磁性層、保護層、および潤滑層を具備し、シード層として膜厚が  $5 \sim 100 \text{ nm}$  の範囲にあり、シード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) と該非磁性下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が、 $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.3$

の関係を満たし、該金属シード層の引っ張り強さ ( $S_{SE}$ ) と該非磁性下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE}/S_{UL} > 1$  の関係を満たす前記のフロッピーディスクである。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明者らは、可撓性非磁性支持体上の少なくとも一方の面に、下地層、磁性膜、保護膜、潤滑膜を積層した構成のフロッピーディスクにおいて可撓性支持体と下地層間にシード層を設けることによって、製造工程においてクラックが発生することを防止し、性能の安定したフロッピーディスクを提供することが可能であることを見出したものである。

さらに、非磁性支持体上に、特定の平坦化層、下地層、磁性層を形成することにより、また金属シード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) と非磁性下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が  $|E_{SE} - E_{UL}|/E_{UL} < 0.3$  の関係を満たし、金属シード層引っ張り強さ ( $E_{SE}$ ) と非磁性下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE}/S_{UL} > 1$  の関係を満たす材料をシード層に用いることで、媒体作成時のクラックの発生を防止できることを見だし本発明に到った。

すなわち、非磁性支持体として可撓性材料を用いた基体上に形成した強磁性金属薄膜のクラックは、高記録密度磁気記録媒体に要求される平坦性とその上に形成される、シード層、下地層等の熱膨張に起因することを見いだしたものである。

【0009】

アルミニウム、ガラス等のハードディスクを支持体として使用する場合、研磨加工などにより鏡面に近い平坦性を作り出すことができる。しかしフロッピーディスクの場合、支持体として可撓性支持体を使用していることから、研磨加工により平坦性を向上させることは難しい。そこで可撓性支持体上では高分子物質からなる平坦化層を設けることで、ハードディスク支持体と同様の表面性を実現している。平坦化層上には、非磁性下地層、磁性層をスパッタリングによって形成しているが、磁性層の静磁気特性、電磁変換特性を高めるために  $100 \sim 300$  °C の高温で支持体を加熱する必要がある。あるいはバイアス印加、RF スパッ



タリング法などを使用するために実効的に支持体温度が上昇してしまう。

非磁性下地層、磁性層を形成した媒体は室温まで冷却しスパッタリング装置から取り出される。このような温度の変化する製造工程において、可撓性支持体、平坦化層、非磁性下地層、磁性層は熱膨張、収縮を起こすこととなる。

#### 【0010】

ハードディスクでは、支持体が硬質の材料で形成されていることに加えて、材質が金属、セラミックス、ガラス等で構成されているので、下地層と支持体の膨張係数の相違が小さいために、熱膨張の相違に基づいて加熱、冷却工程でクラック等が発生する可能性は小さかったが、可撓性支持体を基板に用いた磁気記録媒体においては、可撓性支持体、平坦化層は高分子組成物で形成されており、非磁性下地層および磁性層は金属材料であるため、両者間で熱膨張あるいは収縮量が1桁程度は異なる。そのため冷却時の支持体の変形量に非磁性下地層材料が耐えきれず、磁気記録媒体にクラックが発生するものと考えられる。

#### 【0011】

そこで平坦層・下地層間に非磁性下地層つまりシード層を設けることで、支持体冷却時に発生する平坦層・下地層間の力を下地層・シード層が受け、膜強度が向上しクラックを防止できるものと考えられる。

また、シード層・下地層材料としてシード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) と下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が  $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.3$  の関係を満たし、シード層引っ張り強さ ( $S_{SE}$ ) と下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE} / S_{UL} > 1$  の関係を満たす材料を選択することで、冷却行程で下地層・磁性層間の線膨張係数の違いにより発生する力に対抗することができ、より高い水準でクラックの発生を防止することができると考えられる。

即ち、可撓性支持体の少なくとも一方に下地層、磁性膜、保護膜、潤滑膜を積層した構成のフロッピーディスクにおいて、可撓性支持体と下地層間にシード層を設けることで、媒体作成時に発生するクラックを防止し、超高記録密度フロッピーディスクを提供するものである。

#### 【0012】

すなわち、本発明は上記工程中に発生するクラックを防止するために、金属シ

ード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) 及び非磁性下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が  $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.3$  の関係を満たし、シード層引っ張り強さ ( $S_{SE}$ )、及び非磁性下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE} / S_{UL} > 1$  の関係を満たす金属シード層を設けることで、媒体作成時に発生するクラックを防止し、高記録密度フロッピーディスクを提供するものである。

## 【0013】

次に、本発明に用いることができる好ましい材料等について説明する。

本発明の磁気記録媒体の支持体としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリイミド、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリベンゾキシアゾール等の材料を挙げることができる。また、本発明の磁気記録媒体の支持体のヤング率は、 $200 \sim 1600 \text{ kg/mm}^2$  が好ましく、特に望ましくは  $300 \sim 800 \text{ kg/mm}^2$  である。支持体厚さは  $20 \sim 150 \mu\text{m}$  が好ましく、更に望ましくは  $30 \sim 80 \mu\text{m}$  の範囲のものである。

## 【0014】

支持体の表面の平面性を向上させるために支持体上に平坦化層が設けられている。平坦化層には、耐熱性高分子材料を広く使用することができる。特に好ましくはシリコン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリイミド樹脂などの材料である。これらの材料は耐熱性に優れているのに加え、表面性及び静磁気特性において良好な特性を実現できる。平坦化層の塗布厚は  $0.1 \sim 5.0 \mu\text{m}$  であり、望ましくは  $0.5 \sim 3.0 \mu\text{m}$ 、特に望ましくは  $0.8 \sim 2.0 \mu\text{m}$  の範囲である。

## 【0015】

平坦化層表面に微小な突起、例えば  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$  等の無機物の微粒子、または有機物の微粒子を設けても良い。微少な突起の形成に使用する微粒子の粒径は、 $5 \sim 40 \text{ nm}$  であることが好ましく、より好ましくは  $10 \sim 35 \text{ nm}$  であり、さらに好ましくは  $15 \sim 30 \text{ nm}$  の範囲である。そして、平坦化層表面に形成される突起高さは  $30 \text{ nm}$  以下であることが好ましい。

平坦化層表面に形成される微粒子の粒径が  $5 \text{ nm}$  未満では、平坦化層表面に微粒子を存在させたことによる効果を得ることができず、また  $40 \text{ nm}$  以上では、

その後形成した層に凹凸が生じることとなり、平面性が低下する。

【0016】

平坦化層と下地層の間に形成するシード層は、Ta、Mo、W、V、Zr、Cr、Rh、Hf、Nb、Mn、Ni、Al、RuおよびTiのうち、少なくとも一種の金属もしくは二種類以上の元素を含む合金等が好ましい。また、酸素、窒素等を含有しても良い。

【0017】

シード層の厚さは、10nm～100nmであることが好ましく、より好ましくは15～80nm、更に好ましいのは20～60nmである。シード層厚を10nm以下に薄くすると、シード層構造が不連続になり熱収縮によって発生する力が下地層に加わってしまい、クラックが発生する。100nm以上に厚くすると、シード層の持つ膜応力により、磁気記録媒体にクラック、膜剥がれ等が起こる。シード層はアルゴン雰囲気中で直流スパッタリングにより作製することができる。シード層作製温度は、5～250℃であり、好ましくは10～200℃である。

【0018】

非磁性下地層材料としては、クロム、あるいはクロムとTi、W、Mo、V、Ta、B、Si、Nb、Zr、Al及びMnのうちの少なくとも一種の金属を含む合金等が好ましい。非磁性下地層のCr濃度は77～100原子%、好ましくは80～95原子%であり、残部はその他の元素金属である。

非磁性下地層膜厚は5nm～500nmであり、好ましくは10～100nmである。下地層厚を500nm以上に厚くすると磁性層の粒径が大きくなり、媒体ノイズの増加がおこる。

【0019】

以上のような方法によって形成する、金属シード層の線膨張係数( $E_{SE}$ )及び非磁性下地層の線膨張係数( $E_{UL}$ )が $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.3$ の関係を満たし、シード層引っ張り強さ( $S_{SE}$ )、及び非磁性下地層の引っ張り強さ( $S_{UL}$ )が $S_{SE} / S_{UL} > 1$ の関係を満たす金属シード層を設けることが必要となる。

より好ましくは、 $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0.2$ の関係を満たし、 $S_{SE} / S_{UL}$

>1. 1である。

#### 【0020】

また、このような関係を満たすシード層、および非磁性下地層は、具体的にはシード層材料として、Ta（膜厚：20 nm、投入電力：11.4 W/cm<sup>2</sup>、アルゴン分圧：8 mTorr）、非磁性下地層材料としてCrTi<sub>20</sub>（膜厚：60 nm、投入電力：11.4 W/cm<sup>2</sup>、アルゴン分圧：15 mTorr）を用いた媒体を挙げることができる。

#### 【0021】

磁性層を形成する磁性材料としては、コバルトクロム合金が好ましく、特にPt、Ta、Ni、Si、B、Ni、Pdを含むコバルトクロム合金、さらにこれらに酸素を含むものが挙げられる。

これらのなかでも、特にCoCrPt、CoCrPtTaが好ましい。これらは出力、ノイズ特性ともに優れているためである。またコバルトクロム合金以外にはバリウムフェライトを用いることができる。強磁性層中のCr濃度は10～30原子%であり、好ましくは12～28原子%、更に好ましくは15～25原子%である。磁性層膜厚は10～300 nmであり、好ましくは10～60 nmである。

非磁性下地層及び磁性層は真空成膜法で設けることが好ましい。特にスパッタリングは元素の組成を変えずに成膜できるため好ましい。また、シード層、下地層、磁性層ともに真空状態のまま連続的に成膜を行うことが好ましい。

#### 【0022】

磁性上には、保護膜として、プラズマCVD法、スパッタリング法等で作製したアモルファス、グラファイト、ダイヤモンド構造、もしくはこれらの混合物からなるカーボン膜を設けることが好ましい。特に好ましくは一般にダイヤモンドライクカーボンと呼ばれる硬質の非晶質カーボン膜である。この硬質炭素膜はピッカース硬度で1000 kg/mm<sup>2</sup>以上、好ましくは2000 kg/mm<sup>2</sup>以上の硬質の炭素膜である。

保護膜の膜厚は、2.5～30 nmが好ましく、特に好ましくは5～25 nmである。

## 【 0 0 2 3 】

本発明の磁気記録媒体において、走行耐久性および耐食性を改善するため、上記磁性膜もしくは保護膜上に潤滑剤や防錆剤を付与することが好ましい。

潤滑剤としては、公知の炭化水素系潤滑剤、フッ素系潤滑剤、極圧添加剤などが使用できる。炭化水素系潤滑剤としてはステアリン酸、オレイン酸等のカルボン酸類、ステアリン酸ブチル等のエステル類、オクタデシルスルホン酸等のスルホン酸類、リン酸モノオクタデシル等のリン酸エステル類、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等のアルコール類、ステアリン酸アミド等のカルボン酸アミド類、ステアリルアミン等のアミン類などが挙げられる。

## 【 0 0 2 4 】

フッ素系潤滑剤としては上記炭化水素系潤滑剤のアルキル基の一部または全部をフルオロアルキル基もしくはパーフルオロポリエーテル基で置換した潤滑剤が挙げられる。パーフルオロポリエーテル基としてはパーフルオロメチレンオキシド重合体、パーフルオロエチレンオキシド重合体、パーフルオロ $n$ -プロピレンオキシド重合体  $(CF_2CF_2CF_2O)_n$ 、パーフルオロイソプロピレンオキシド重合体  $(CF(CF_3)CF_2O)_n$ 、またはこれらの共重合体等である。

## 【 0 0 2 5 】

極圧添加剤としてはリン酸トリラウリル等のリン酸エステル類、亜リン酸トリラウリル等の亜リン酸エステル類、トリチオ亜リン酸トリラウリル等のチオ亜リン酸エステルやチオリン酸エステル類、二硫化ジベンジル等の硫黄系極圧剤などが挙げられる。

## 【 0 0 2 6 】

上記潤滑剤は単独もしくは複数を併用して使用される。これらの潤滑剤を磁性膜もしくは保護膜上に付与する方法としては潤滑剤を有機溶剤に溶解し、ワイヤーバー法、グラビア法、スピンコート法、ディップコート法等で塗布するか、真空蒸着法によって付着させればよい。

潤滑剤の塗布量としては  $1 \sim 30 \text{ mg/m}^2$  が好ましく、  $2 \sim 20 \text{ mg/m}^2$  が特に好ましい。

## 【 0 0 2 7 】

本発明で利用できる防錆剤としてはベンゾトリアゾール、ベンズイミダゾール、プリン、ピリミジン等の窒素含有複素環類およびこれらの母核にアルキル側鎖等を導入した誘導体、ベンゾチアゾール、2-メルカプトンベンゾチアゾール、テトラザインデン環化合物、チオウラシル化合物等の窒素および硫黄含有複素環類およびこの誘導体等が挙げられる。

【0028】

#### 【実施例】

以下に、本発明の実施例および比較例を示し、本発明を説明する。

#### 実施例 1

75  $\mu\text{m}$  ポリイミド可撓性支持体上に厚さ 1  $\mu\text{m}$  のポリイミド樹脂を平坦化層として施し、その上にシード層としてアルゴン分圧 8 mTorr、投入電力 11.4  $\text{W}/\text{cm}^2$ 、支持体温度 20℃ の条件で直流スパッタリングによって、タンタルを 20 nm の厚さに被覆した。さらに非磁性下地層として、アルゴン分圧 15 mTorr、投入電力 11.4  $\text{W}/\text{cm}^2$ 、支持体温度 200℃ で、チタンを 20 原子% 含むクロム合金を直流スパッタリング法により 60 nm の厚さに被覆した。

【0029】

次に非磁性下地層上に磁性層として、アルゴン分圧 1.5 mTorr、投入電力 11.4  $\text{W}/\text{cm}^2$ 、支持体温度 200℃ で、膜厚 30 nm の、Cr を 20 原子%、Pt を 12 原子% 含む Co 合金薄膜を直流スパッタリングにより形成した。

次いで、磁性層上に、アルゴン分圧 3 mTorr、投入電力 5.71  $\text{W}/\text{cm}^2$  の条件で直流スパッタリングによって膜厚 20 nm のカーボンの保護膜を設けた。

【0030】

さらに、潤滑剤としては、モノラウリルホスフェート ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OP}(\text{O}_3\text{H}_2)$ ) とステアリン酸アミン ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{NH}_2$ ) をメタノールに溶解した溶液を、有機酸とアミンがモル比で 1 : 1 であり、両方を併せた塗布量が 6  $\text{mg}/\text{m}^2$  となるようにワイヤーバー法で塗布し、フロッピーディスクを作製した。

【0031】

#### 実施例 2～6

実施例 1 記載のシード層材料、あるいは非磁性下地層の材料を表 1 に示したものに變更した点を除き、実施例 1 と同様に作製した実施例 2 ～ 12 のフロッピーディスクを作製した。

【0032】

#### 比較例 1

シード層を設けない点を除き実施例 1 と同様に比較例 1 のフロッピーディスクを作製した。

【0033】

#### 比較例 2 ～ 11

実施例 1 に記載のシード層の材料を表 1 に記載の材料に變更した点を除き実施例 1 と同様にして比較例 2 ～ 11 のフロッピーディスクを作製した。

【0034】

得られた実施例および比較例の磁気記録媒体を下記の測定方法によって、測定し、その測定結果を表 1 に示す。

(測定方法)

#### (1) 線膨張係数

線膨張係数の測定はスパッタリング装置（芝浦製作所製 S-50S）を使用し、 $10^{-6}$ Torr以下の真空下でランプヒーターによって300℃までの試料加熱を行い、試料の両面に取り付けた歪みゲージ（マイクロメジャーメント社製 歪みゲージWK）から試料の変形量を求めた。

試料は、ポリイミド支持体の両面に単独の層形成を行った5mm×30mmのものを使用した。支持体の変形の影響を取り除くために、ポリイミド支持体のみについても歪みゲージを取り付けて試料の変形量の測定を行った。

膜形成をした試料の変形量 $V_{sp}$ 、ポリイミド支持体のみの変形量 $V_{pi}$ を測定し、両者の変形量の差（ $V_{sp} - V_{pi}$ ）を成膜した膜による変形量とし、下記の式

線膨張係数 =  $(V_{sp} - V_{pi}) / \text{試料の長さ} / \text{温度差}$   
によって求めた。

【0035】

## (2) 引っ張り強度

実施例、比較例に記載の条件でポリイミド支持体の両面に単独の層形成を行った 5 mm × 30 mm の試料を、引っ張り試験機（東洋ボーリング社製テンシロン STM-T-50BP）を使用して引っ張り、成膜した膜表面を顕微鏡で 200 倍の倍率で観測を行い、クラックが発生した荷重を引っ張り強度とした。

## (3) クラック

保護膜をスパッタリングによって形成した後に、冷却後の試料表面を微分干渉型顕微鏡（ニコン社製 XP(U)NR-A）により観測を行う。倍率は 200 倍で、ランダムに 30 点観測を行う。この 30 測定中にクラックが確認されないものを「優秀」とし、2 カ所以内であれば「良好」とし、それ以上であれば「不良」とした。

【0036】

【表 1】

	下地層	E <sub>UL</sub>	S <sub>UL</sub>	シット層	E <sub>SE</sub>	S <sub>SE</sub>	膨張比	強度比	クラック
実施例1	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Ta	6.5	53.0	0.13	1.38	優秀
実施例2	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Mo	5.1	49.0	0.26	1.28	優秀
実施例3	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Rh	8.5	54.9	0.23	1.43	優秀
実施例4	CrMo <sub>20</sub>	6.2	43.0	Ta	6.5	53.0	0.04	1.23	優秀
実施例5	CrMo <sub>20</sub>	6.2	43.0	Mo	5.1	49.0	0.18	1.13	優秀
実施例6	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	CrTi <sub>25</sub>	6.3	39.2	0.09	1.00	良好
実施例7	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Zr	5.0	35.0	0.27	0.91	良好
実施例8	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Nb	7.2	21.0	0.04	0.73	良好
実施例9	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Ir	6.8	20.3	0.01	0.53	良好
実施例10	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Mn	23.0	50.4	2.33	1.31	良好
実施例11	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	Al	23.5	4.76	2.41	0.13	良好
実施例12	CrMo <sub>20</sub>	6.2	43.0	Rh	8.5	54.9	0.37	1.27	良好
比較例1	CrTi <sub>20</sub>	6.9	38.4	-	-	-	-	-	不良
比較例2	CrMo <sub>20</sub>	5.8	43.0	-	-	-	-	-	不良
比較例3	Cr	6.2	42.0	-	-	-	-	-	不良



比較例4	Rh	8.5	54.9	-	-	-	-	-	不良
比較例5	Zr	5.0	35.0	-	-	-	-	-	不良
比較例6	Ta	6.5	53.0	-	-	-	-	-	不良
比較例7	Mo	5.1	49.0	-	-	-	-	-	不良
比較例8	Mn	23.0	50.4	-	-	-	-	-	不良
比較例9	Al	23.5	4.76	-	-	-	-	-	不良
比較例10	Mo	5.1	49.0	-	-	-	-	-	不良
比較例11	CrTi <sub>20</sub>	6.3	39.2	-	-	-	-	-	不良

【0037】

表1において、

 $E_{UL}$  : 下地層線膨張係数 単位 :  $10^{-6}$  $S_{UL}$  : 下地層線引張り強さ 単位 :  $kg/mm^2$  $E_{SE}$  : シード層線膨張係数 単位 :  $10^{-6}$  $S_{SE}$  : シード層引張り強さ 単位 :  $kg/mm^2$ 膨張比 :  $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL}$ 強度比 :  $S_{SE} / S_{UL}$ 

【0038】

【発明の効果】

可撓性支持体上に形成した平坦化層と、磁性層の下地として設ける非磁性下地層の間にシード層を設けるとともに、シード層と非磁性下地層の線膨張係数および引張り強度を特定の大きさとしたので膜強度が増加し、磁気記録媒体の製造時に曝される温度上昇、冷却による熱膨張によるクラックの発生を防止することができ、高記録密度用の磁気記録媒体を安定して製造することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高記録密度のフロッピーディスクの製造時におけるクラックの発生を防止する。

【解決手段】 可撓性非磁性支持体上の少なくとも一方の面に、順次、厚さが 0 . 1 ~ 5 . 0  $\mu$  m の平坦化層、シード層、クロム濃度が 7 7 ~ 1 0 0 原子% の範囲にあるクロム含有非磁性下地層、C o - C r 系合金磁性層、保護層、および潤滑層を具備した磁気記録媒体において、該金属シード層が、該金属シード層の線膨張係数 ( $E_{SE}$ ) と該非磁性下地層の線膨張係数 ( $E_{UL}$ ) が、 $|E_{SE} - E_{UL}| / E_{UL} < 0 . 3$  の関係を満たし、該金属シード層の引っ張り強さ ( $S_{SE}$ ) と該非磁性下地層の引っ張り強さ ( $S_{UL}$ ) が  $S_{SE} / S_{UL} > 1$  の関係を満たす磁気記録媒体。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005201]

1. 変更年月日	1990年 8月14日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県南足柄市中沼210番地
氏 名	富士写真フイルム株式会社